Aus der Abteilung für konservierende Zahnheilkunde
der Klinik und Poliklinik
für Zahn-, Mund- und Kieferkrankheiten
der Universität Tübingen
Direktor: Professor Dr. Dr. E. Fröhlich
Abteilungsleiter: Professor Dr. Dr. P. Riethe

Die Eigenschaften von vakuumgemischten Silikatzementen

Inaugural-Dissertation
zur Erlangung des Doktorgrades
der Zahnheilkunde

dem Fachbereich Klinische Medizin
der Eberhard-Karls-Universität
zu Tübingen

vorgelegt von
Hartmut Bohnert
aus Karlsruhe

1971

Aus der Abteilung für konservierende Zahnheilkunde
der Klinik und Poliklinik
für Zahn-, Mund- und Kieferkrankheiten
der Universität Tübingen
Direktor: Professor Dr. Dr. E. Fröhlich
Abteilungsleiter: Professor Dr. Dr. P. Riethe

Die Eigenschaften von vakuumgemischten Silikatzementen

Inaugural-Dissertation
zur Erlangung des Doktorgrades
der Zahnheilkunde

dem Fachbereich Klinische Medizin
der Eberhard-Karls-Universität
zu Tübingen

vorgelegt von
Hartmut Bohnert
aus Karlsruhe

1971

Dekan:	Professor Dr. Dr. K. Mayer
1. Berichterstatter:	Professor Dr. Dr. P. Riethe
2. Berichterstatter:	Professor Dr. E. Körber

UNIV. LEIDEN BIBL.

Meinen Eltern

Inhaltsverzeichnis

I.	Einleitung	Seite 5
II.	Prüfnormen	Seite 7
III.	Verarbeitung	Seite 9
IV.	Vakuummischen	Seite 11
V.	Material und Methoden	Seite 13
VI.	Mathematisch-statistische Methoden	Seite 19
VII.	Experimentelle Untersuchungen und Ergebnisse	
	VII, 1. Günstigstes Vakuum	Seite 21
	VII, 2. Konsistenz	Seite 30
	VII, 3. Wasserlöslichkeit	Seite 34
	VII, 4. Druckfestigkeit	Seite 36
	VII, 5. Spalt-Zugfestigkeit	Seite 39
	VII, 6. Oberfläche	Seite 42
VIII.	Diskussion der Ergebnisse	Seite 49
IX.	Zusammenfassung	Seite 53
X.	Literaturverzeichnis	Seite 55

I. Einleitung

Seit der Einführung des Silikatzementes für Frontzahnfüllungen in die Zahnheilkunde wird an der Qualitätsverbesserung gearbeitet.
Einerseits entwickelte man Prüfnormen wie die ADA - Spezifikation Nr.9 (American Dental Association) oder die FDI - Spezifikation Nr.5 (Fédération Dentaire Internationale), um eine hohe Standardqualität des Füllungsmaterials zu gewährleisten.
Andererseits versuchte man durch bestimmte Verarbeitung gute und dauerhafte Füllungen zu erzielen.

Eine weitere Verbesserung erhofft man durch das Mischen der Zementkomponenten unter Vakuum.
Ob das Vakuummischen zu einer Verbesserung der Silikatzementfüllungen führt, ist Gegenstand dieser Arbeit.
Untersucht wird nach der ADA - Spezifikation Nr.9 .
Die Oberflächenqualität der Füllungen wird auf Grund von Adhäsionsabdrücken (Replica) beurteilt.

II. Prüfnormen

1878 wurde durch ROSTING Zinkoxydphosphatzement in die Zahnheilkunde eingeführt. ASCHER und STEENBOCK ersetzten diesen Zement, der als Füllungsmaterial für Frontzähne verwendet wurde, durch Aluminium-phosphatzement. Dieser entspricht mit wenigen Änderungen dem heutigen Silikatzement.

Bereits 1905 erschienen erste Materialprüfungen von MORGENSTERN über die Silikat- und Phosphat-zemente. Weitere Prüfungen wurden veröffentlicht, waren aber nicht vergleichbar, da einheitliche Prüfvorschriften fehlten. Leider fehlen auch heute noch in Deutschland Normen für zahnärztliche Materialien, obwohl Bestrebungen in dieser Richtung vorhanden sind.
Anders in den U.S.A., bereits im Jahre 1919 wurde auf Anregung des U.S.-Kriegsministeriums von dem National Bureau of Standards an einer Spezifikation für Amalgam gearbeitet. Ab 1922 traten die Weinstein Research Laboratorien als Partner mit in die Forschungsarbeiten ein. 1928 zeichnete dann die American Dental Association (ADA) verantwortlich. (H. GINS, 1960)
G.C.PFAFFENBARGER, I.C.SCHOONOVER und W.SOUNDER veröffentlichen 1938 im Journal der ADA die Prüf-vorschriften über Silikatzemente und die Herstellung von Probekörpern.
Die 1. Revision der ADA-Spezifikation Nr.9 für zahnarztlichen Silikatzement erschien 1950, die zweite und heute gültige Revision 1963. Diese entspricht der FDI-Spezifikation Nr.5 (Fédération Dentaire Internationale). Mangels deutscher Normen für zahnärztliche Materialien wird heute

weitgehend die ADA-Spezifikation zur ständigen Qualitätskontrolle und Qualitätsverbesserung herangezogen.
E.W.SKINNER und R.W.PHILLIPS (1960) machen genaue Angaben über die chemische Zusammensetzung von Silikatzementen. Das Silikatzementpulver besteht demnach hauptsächlich aus einer Mischung von SiO_2, Al_2O_3, CaO, NaF, CaF_2, Na_3AlF_6 und die Flüssigkeit aus PO_4, Al, Zn, Mg, freier H_3PO_4, gebundener H_3PO_4 und H_2O. Dazu kommen noch verschiedene Beimengungen, die sich wie die prozentuale Verteilung der einzelnen Faktoren je nach Fabrikat unterscheiden. Die gleichen Autoren halten die Wasserlöslichkeitsbestimmung nach der ADA-Spezifikation für nicht ausreichend. E.KÖHLER (1965) untersuchte die Ursache für die Silikatzementauflösung im Mund. Mit Hilfe der Calberlaschen Lösung fand er für Silikatzemente nach 120 Tagen einen Gewichtsverlust von 50%. R.D.NORMAN, M.L.SWARTZ und R.W. PHILLIPS (1957) zeigten, daß die Löslichkeitsunterschiede der verschiedenen Zementsorten ohne Bedeutung gegenüber der enorm hohen Säurelöslichkeit ist. G.ENGELHARD (1967) verglich verschiedene manuell angemischte Silikatzemente mit dem maschinell angemischten Silicap. Er fand keine großen Unterschiede der physikalischen Eigenschaften.

III. Verarbeitung

Die Abbindevorgänge des Silikatzementes sind noch nicht restlos geklärt. W.KETTERL (1961) stellt sie folgendermaßen dar:
"Die Phosphorsäure reagiert mit der Oberfläche eines feinpulverisierten, glasartigen Körpers, der im wesentlichen aus Aluminium- und Siliziumoxyd besteht. Es bilden sich Kieselsäure und Aluminiumphosphat. Durch Wasseraustritt kommt es zur Bildung eines Gels. Die Siliziumatome bilden ein räumliches Gitternetz, in das Aluminiumphosphat sowie die anderen Bestandteile des Zementes einschließlich Wasser eingelagert sind. Durch Entweichen des freibeweglichen Wassers geht das Gel in den festen Zustand über. Dies ist der eigentliche Abbindevorgang. Herauslösen aus dem Gel kann sich sowohl im nicht abgebundenen als auch im abgebundenen Zustand das Aluminiumphosphat und zwar um so langsamer, je dichter das Gel ist, bzw. je mehr Pulver in die Flüssigkeit eingespatelt wurde." W.KETTERL führt weiter aus, die Dauerhaftigkeit einer Silikatzementfüllung ist weitgehend abhängig von der Verarbeitung. Je mehr Pulver in die Flüssigkeit eingespatelt wird, desto dichter wird das Gel, desto langsamer wird das Aluminiumphosphat herausgelöst, desto weniger freie Säure ist vorhanden und desto geringer ist die Gefahr der Pulpenschädigung.
In einer Versuchsreihe ließ er von 4 Zahnärzten in je o,1 ml Flüssigkeit Silikatzementpulver einspateln. Der Pulververbrauch lag zwischen 38o und 62o mg pro o,1 ml. Auch der Verbrauch des selben Zahnarztes war für jede Anspatelung verschieden.
Ähnliche Versuche führten K.D.JØRGENSEN und S.WAKUMOTO (1966) durch. Sie ließen von 71 geübten Klinikassistenten Silikatzement anspateln. Die Standard-

-konsistenz nach ADA betrug 1,6o g/ o,4 ml, während die der Mischung 1,53 ± o,o88 g/ o,4 ml betrug. Dabei hatte schon H.REBEL (1937) festgestellt, daß die häufigste Ursache der kurzen Lebensdauer von Silikatzementfüllungen die unsachgemäße Anmischtechnik ist.Die Korrosionsresistenz wird durch sie stark vermindert, und es dringen zuviel freie H_3PO_4 und saure Salze in die Pulpa ein.
Eine Erleichterung im genauen Dosieren und homogenen Mischen brachte die Einführung des maschinellen Mischens. Das ursprüngliche Ziel war eine homogene Masse mit immer gleicher Konsistenz und Farbe zu bekommen, außerdem den Zahnarzt und seine Helferin zu entlasten. Verschiedene Autoren untersuchten maschinell angemischte Silikatzemente, die zuerst mit dem Wig-L-Bug, einem Amalgamator, gemischt wurden. (J.RUBINSTEIN, 1962; R.W.PHILLIPS, M.L.SWARTZ und W.F.CHONG, 1965) Sie stellten keine signifikante Verbesserung der physikalischen Eigenschaften fest. Dabei ist zu berücksichtigen, daß manuell gemischte Silikatzemente im Labor im Gegensatz zu allgemeinen Praxisgewohnheiten aus exakt dosierten Pulver- und Flüssigkeitsmengen angespatelt werden.

Durch die Einführung des in Kapseln vordosierten Silicap und des dazu entwickelten Mischgerätes Silamat (beides Produkte der Firma Vivadent Schaan, Lichtenstein), hat das maschinelle Mischen in Deutschland weite Verbreitung gefunden.
H.DRESSLER (1966) verglich Silicap mit dem entsprechenden manuell gemischten Achatit Biochromatik (ebenfalls von Fa. Vivadent). Silicap weist demnach eine größere Härte auf, während die Wasserlöslichkeit etwas vergrößert ist. K.D.JØRGENSEN und S.WAKUMOTO (1967) mischen Silicap mit verschiedenen Mischgeräten. Eine homogene Mischung erreichen sie nur mit dem Silamat.

IV. Vakuummischen

G.C.PFAFFENBARGER, I.C.SCHOONOVER und W.SOUNDER (1937) berichten über Lufteinschlüsse im Silikatzement, die durch das Anspateln eingebracht werden. Sie schreiben : "They (the air-bubbles) cannot be conviently eliminated as they would be if mixed in a vacuum."
A.H.GRUNEWALD, G.DICKSON, G.C.PFAFFENBARGER und I.C.SCHOONOVER (1953) versuchen das äußere Milieu beim Anspateln von Silikatzement durch Verwendung von weichen dünnwandigen Mischbehältern auszuschließen. Auch mit dieser Methode waren Lufteinschlüsse im Silikatzement nicht zu vermeiden.
E.DOLDER (1957) stellte fest, daß durch Verwendung von Zelluloidstreifen, die 3 Minuten unter Druck auf die frisch gelegte Silikatzementfüllung gebracht werden, auf dem Zement eine blasenfreie Rindenschicht von etwa o,1 mm Dicke entsteht. Diese Schicht bilde eine korrosionsresistentere Schutzschicht über der normalen porösen Füllung. Durch Politur wird diese Schicht beseitigt. Trotzdem forderten ander Autoren (A.EFFINGER und J.FECHT, 196o; F.F.EIFINGER, 1964) die Politur von Silikatfüllungen. W.LÄMMER und P.RIETHE (1968) zeigen dann, daß eine Füllung zwar glatt poliert werden kann, aber durch den Verlust der blasenfreien Rindenschicht, die Oberfläche von einer Vielzahl von Poren durchsetzt ist. "Diese Poren stellen angeschliffene Luftblasen dar, deren Vorhandensein in jedem der untersuchten Zemente beobachtet wurde.Ihr Auftreten läßt sich auch bei vorschriftsmäßiger Anspateltechnik und Verarbeitung nicht verhindern. Die porenfreie, wenn auch nicht völlig glatte Oberfläche ist in diesem Falle der glatt polierten, dafür aber porenfreien Oberfläche vorzuziehen."

Mit Entwicklung der Silikatzementmischkapsel zum maschinellen Anmischen, versprach auch das Vakuummischen Erfolg. S.WAKUMOTO und K.D.JØRGENSEN (1969) versuchten mit einer Glasröhre, die an beiden Enden mit Gummistopfen verschlossen war, einen vakuumgemischten Silikatzement zu erhalten. Sie finden eine um 2o% höhere Druckfestigkeit. H.W.LYON und L.J.COSCA (1967) drückten plastischen Silikatzement zwischen zwei Glasplatten aus. Sie finden im manuell und normal maschinell gemischten Silikatzement zahlreiche Luftblasen von 3 - 7o u Durchmesser, während im maschinell vakuumgemischten wesentlich weniger und kleinere Luftblasen vorhanden sind. Die Standardkonsistenz von normal 1,55 g/ o,4 ml muß nach ihrer Angabe auf 1,7 g/ o,4 ml erhöht werden. Die Wasserlöslichkeit und die "desintegration" sind um 5o% geringer als bei Zementen, die nach herkömmlichen Methoden gemischt wurden.
Auf dem 47. Meeting der IADR (1968) berichten die gleichen Autoren über eine signifikant höhere Druckfestigkeit bei vakuum-maschinell gemischten Silikatzementen. Auf dem gleichen Treffen berichten E.BAUMANN und G.BEHAM. Die Konsistenz wird durch das Vakuummischen beim Silicap nicht verändert, die Druckfestigkeit wird um 1o% verbessert.Bei Drücken von 1, 2o und 4o Torr gemischter Silikatzement enthält wesentlich weniger Luftblasen, als manuell und ohne Vakuum maschinell angemischter Silikatzement.

V. Material und Methoden

Zur Untersuchung werden verschiedene zum maschinellen Anmischen in Kapseln gelieferte Silikatzemente verwendet.
Es handelt sich um:

Silicap von Fa. Vivadent in Schaan / Lichtenstein
Chargen-Nr.: 28o769/2o

Top-Silic von Jota Dental- u. Schleifmittel - GmbH in Düsseldorf
Chargen-Nr.: A 11 / Packung 558/E1

Vita-SC von Vita Zahnfabrik in Säckingen
Chargen-Nr.: 21

	Silicap	Top-Silic	Vita-SC
Verbrauch gesamt Kapseln	2oo	15o	15o
unbrauchbar da: Säurekissen gerissen	o	o	1
unbrauchbar da: Konsistenz zu zäh/dünn	o	3	4

Die Kapseln sind alle zum maschinellen Mischen verpackt und vordosiert. Bei allen Kapseln ist die Silikatzementflüssigkeit in ein Folienkissen eingeschweißt, das durch Druck perforiert wird und die Flüssigkeit zum Pulver freigibt.
Silicap: In einer Kunststoffkapsel, die durch einen perforierten Deckel verschlossen ist, befindet sich das Zementpulver.Darüber ist ein Kunststoffdeckel, in dem sich das Folienkissen befindet. Bei Druck auf den Kunststoffdeckel, mit Hilfe eines einfachen Gerätes, wird das Kissen auf den perforierten Deckel gedrückt, die unter Druck stehende Flüssigkeit weicht

in die Perforation aus. Dort reißt die Folie und die Flüssigkeit spritzt zum Pulver in die Mischkammer.
(Abbildung Nr.1)
Vita-SC und Top-Silic: Das Pulver befindet sich in einer Kunststoffkapsel, die oben perforiert ist und einen abnehmbaren Boden hat. Außen ist ein Gewinde, darüber wird eine Kappe geschraubt, in der sich das Folienkissen befindet. Wird die Kappe unter Widerstand festgeschraubt, wird das Flüssigkeitskissen unter Druck gesetzt, weicht in die Perforation der Mischkapsel aus und die Folie reißt.
(Abbildung Nr.2)

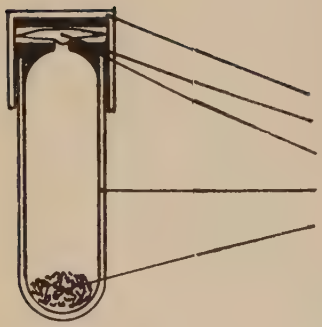


Abbildung Nr. 1

Kapseldeckel
Flüssigkeitskissen
perf. Deckel
Mischkapsel
Pulver

System Silicap

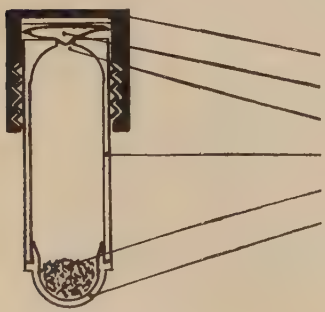


Abbildung Nr. 2

Drehkappe
Flüssigkeitskissen
Perforation
Mischkapsel
Pulver
abnehmb. Boden

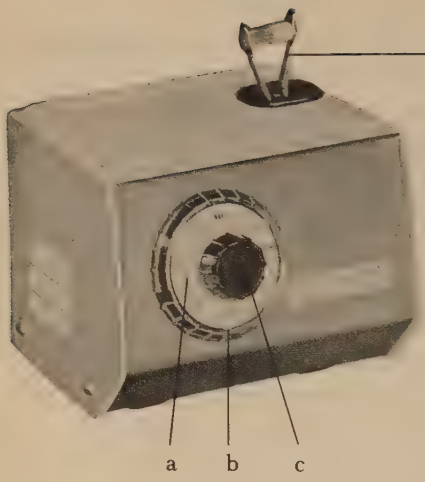
System Vita-SC + Top-Silic

Alle Kapseln werden mit dem Silamat der Firma Vivadent gemischt. Zementpulver und Flüssigkeit werden beim Silamat mit hoher Frequenz (4 2oo Schw./min) in engen Kontakt gebracht und gut gemischt. Die Mischkapsel beschreibt dabei eine 8-ter Ligatur. (Abbildung Nr.3)

Zum Mischen unter Vakuum wird ein Gerät der Firma Vivadent verwendet. Es handelt sich um einen Kunststoffzylinder, der an einem Ende verschlossen ist und eine kleine Spitze zum Einspannen besitzt. Das andere Ende ist offen und wird mit einer Gummiplatte verschlossen. An der Seite befindet sich ein Schlauchansatz zum evakuieren. Der Zylinder faßt eine ganze handelsübliche Silikatzementkapsel, die alle undicht genug sind, um sich evakuieren zu lassen. Der Zylinder wird in eine etwas veränderte Federgabel des Silamats eingespannt, während die Gummiplatte bereits an einem Gabelarm befestigt ist. (Abbildung Nr.4)

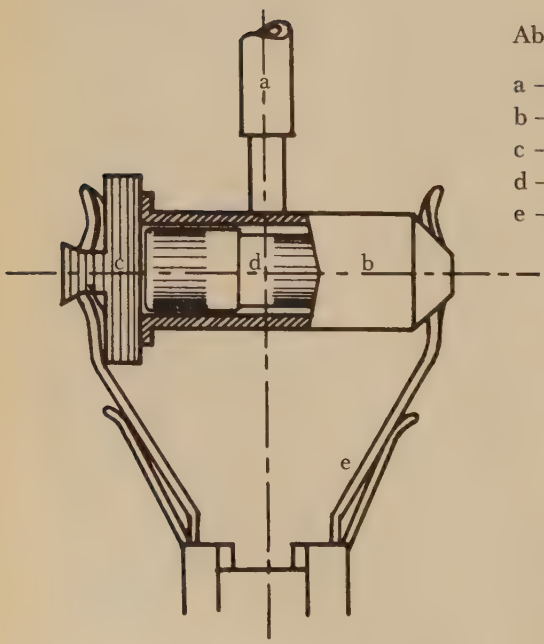
Abbildung Nr. 3

Silamat



Federgabel
a – Zeitskala
b – Zeitwählscheibe
c – Einschaltknopf

Abbildung Nr. 4



a – Schlauchansatz zur Vakuumpumpe
b – Vakuumkapsel
c – Gummiplatte
d – Silikatzementkapsel
e – Gabel des Silamats

Zum Evakuieren wird eine Kapsel mischbereit gemacht (Flüssigkeit frei), in die Vakuumkapsel eingelegt und diese im Silamat eingespannt. Dann wird eine bestimmte Zeit (Angabe) evakuiert und unter Vakuum 1o Sekunden gemischt.

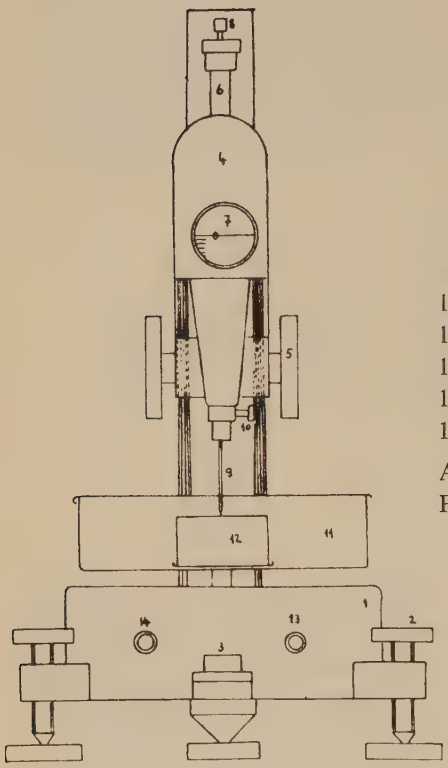
Zur Herstellung des Vakuums wird eine handelsübliche Vakuumpumpe verwendet (Dürr Gebläse-Saugpumpe PuZ 261 F). Das Vakuum wird mit einem Quecksilbermanometer gemessen. Zwischen Vakuummischkammer, Manometer und Pumpe wird eine Vakuumflasche angeschlossen. Falls beim Mischen Undichtigkeiten auftreten, dient diese Flasche dazu, das Vakuum durch ihr großes Ausgleichsvolumen konstant zu halten.

Alle Prüfungen werden nach den Bedingungen der ADA - Spezifikation Nr.9 durchgeführt.
Es werden kleinere Prüfkörper gewählt, da für ein Prüfkörper nach der ADA - Spezifikation der Inhalt von 6 - 8 Kapseln erforderlich wäre. Für die gewählten Prüfkörper reicht eine Kapselfüllung aus.

Maße: Druckfestigkeit und
Spalt-Zugfestigkeit 3 mm Ø, 6 mm hoch

Wasserlöslichkeit 1o mm Ø, 1 mm hoch

Die Konsistenz wird mit einem Penetrometer gemessen. Der frische Zement wird in eine Plexiglasform gefüllt, glatt gestrichen und nach einer Minute wird die Eindringtiefe des Penetrometers gemessen. Zum Eichen werden mit manuell nach Standardkonsistenz gemischten Zementen gleiche Messungen durchgeführt. (Abbildung Nr.5)



1. Hohlsockel
2. Justierschraube
3. Libelle
4. Oberer Penetrometerteil
5. Rädel
6. Fallstab
7. Mattscheibe
8. Mikrometerschraube
9. Penetrationsnadel
10. Einspannvorrichtung
11. Becken für Wasserbad
12. Sockel
13. Schalter
14. Taster

Abbildung Nr. 5
Penetrometer

VI. Mathematisch-statische Methoden

In den Tabellen und graphischen Darstellungen werden folgende Formeln und Ausdrücke verwendet.

Mittelwert: $$\bar{x} = \frac{1}{n} \cdot \sum_{i=1}^{n} x_i$$

Standardabweichung: (mittlerer Fehler des Einzelwertes) $$s_{x_i} = \pm \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^{n} \varepsilon_i^2}{n - 1}}$$

Vertrauensbereich: $$\bar{x} = \frac{t(P,m) \cdot s}{n}$$

$\bar{x}$ = Mittelwert

n = Anzahl der Messungen

x_i = Einzelwert

$s = s_{x_i}$ = mittlerer Fehler des Einzelwertes

$t(P,m)$ = Konstante, abhängig vom Freiheitsgrad (m) und der Irrtumswahrscheinlichkeit (P)

$$\varepsilon = |\bar{x} - x_i|$$

Zum Vergleich der beiden Mittelwerte, normal maschinell gemischt und vakuum-maschinell gemischt, wird der t-Test verwendet.

$$t(P,m) = \frac{|\bar{x}_1 - \bar{x}_2|}{S} \cdot \sqrt{\frac{n_1 \cdot n_2}{n_1 + n_2}}$$

mit $m = n_1 + n_2 - 2$ Freiheitsgraden

und $$S = \sqrt{\frac{\sum_{i_1=1}^{n} \varepsilon_{i_1}^2 + \sum_{i_2=1}^{n} \varepsilon_{i_2}^2}{n_1 + n_2 - 2}}$$

bei gleicher Anzahl der Einzelversuche der beiden Meßreihen, also

$$n_1 = n_2 = n$$

$$t(P,m) = \frac{|x_1 - x_2|}{s} \cdot \sqrt{\frac{n}{2}}$$

mit $m = 2n - 2$ Freiheitsgraden.

Die errechnete Prüfzahl t wurde mit dem aus der Tabelle abgelesenen Grenzwert verglichen. Ist die Prüfzahl größer als der Wert bei $2P = 0{,}01$, so ist der Unterschied zwischen den Mittelwerten signifikant. Ist die Prüfzahl kleiner als der Grenzwert bei $2P = 0{,}01$ aber größer als bei $2P = 0{,}05$, so ist der Unterschied auffällig.
Nicht auffällig ist der Unterschied, wenn die Prüfzahl kleiner ist als der Wert bei $2P = 0{,}05$.

$2P \leq 0{,}01$: tatsächliche zweiseitige Irrtumswahrscheinlichkeit $\leq 1\%$

$2P \leq 0{,}05$: tatsächliche zweiseitige Irrtumswahrscheinlichkeit $\leq 5\%$

VII. Experimentelle Untersuchungen und Ergebnisse

VII,1. Günstigstes Vakuum

In zwei verschiedenen Versuchsreihen wird einmal bei konstanter Zeit der Unterdruck variiert, dann bei konstantem Unterdruck die Zeit.
In der ersten Versuchsreihe werden zum Mischen vorbereitete Zementmischkapseln 1 Minute evakuiert und anschließend 1o Sekunden gemischt. Der Silikatzement bleibt in der Kapsel. 3 Minuten nach Anmischbeginn wird die Kapsel für 1 Stunde in einen Thermostaten bei 37°C und 1oo% relativer Luftfeuchtigkeit gelagert. Danach werden die Zementkörper herausgenommen und mit Naßschleifpapier in immer feineren Körnungen (Körnung 22o, 32o, 4oo und 6oo) naß angeschliffen. Die angeschliffenen Flächen werden mit Schwarzpaste eingerieben (Farbwerke F.Rasquin, Köln-Mülheim, WP 111). Mit dem Mikroskop wird kontrolliert, ob alle eröffneten Luftblasen mit Farbe gefüllt sind. Nötigenfalls wird das Färben ein- oder mehrmals wiederholt. Die eingefärbten Körper werden anschließend auf einer harten glatten Unterlage naß poliert (Polierpapier).
Die einzelnen Körper werden bei steigendem Unterdruck hergestellt, bei 76o, 5oo, 3oo, 2oo, 1oo, 5o, und 25 Torr. Danach werden mit dem Balggerät photographiert (Vergrößerung 9 x) und durch das Mikroskop beliebige Ausschnitte (Vergrößerung 1oo x und 23o x) aufgenommen.
In der zweiten Versuchsreihe wird bei dem ermittelten günstigsten Druck die Dauer des wirkenden Vakuums herabgesetzt. Wurde in der ersten Versuchsreihe 1 Minute evakuiert, so wird jetzt 3o, 2o, 1o und 5 Sekunden lang vor dem Mischen evakuiert.
Auch von dieser Reihe werden Aufnahmen angefertigt.

Um Zufälligkeiten zu vermeiden werden alle Versuche für alle Zemente mehrmals wiederholt.

Dieses Verfahren wurde gewählt, um Fehlerquellen auszuschließen.
Frischen Zement zwischen zwei Glasplatten auszudrücken und damit die Luftblasen im Durchlicht sichtbar zu machen (LYON,H.W. u. COSCA,L.J., 1967), wurde zwar versucht, aber es ließ sich nicht vermeiden, durch die schlecht benetzbaren Glasplatten neue Luftblasen einzubringen. Außerdem werden durch den Preßdruck die Luftblasen verformt und täuschen über ihre wahre Größe.

Ergebnisse:

Bei der ersten Versuchsreihe ist mit steigendem Unterdruck eine fortlaufende Verbesserung festzustellen. Die Proben zeigen bei 5o und 25 Torr, nachdem sie vor dem Mischen 6o Sekunden evakuiert worden waren, praktisch keine Luftblasen mehr.
Die Wiederholungen zeigen das gleiche Ergebnis.
(Abbildung Nr.6)

Die makroskopischen Bilder werden durch die Ausschnittvergrößerungen bestätigt.
Die Luftblasen im Silikatzement werden mit steigendem Unterdruck kleiner, und ihre Zahl nimmt ab.
(Abbildung Nr.7a - 9c)

Abbildung Nr. 6
1 Minute evakuiert, von oben nach unten: 760, 500, 300, 200, 100, 50 und 25 Torr, 3 ×.

Bild Nr. 7 a
1 min evak.
760 Torr
7,5 ×

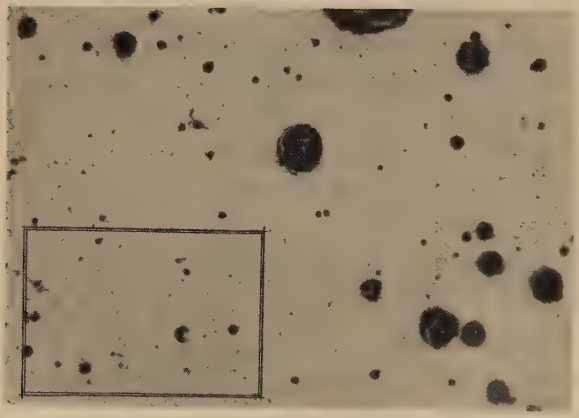


Bild Nr. 7 b
Ausschnitt aus a
75 ×

Bild Nr. 7 c
Ausschnitt aus b
172,5 ×

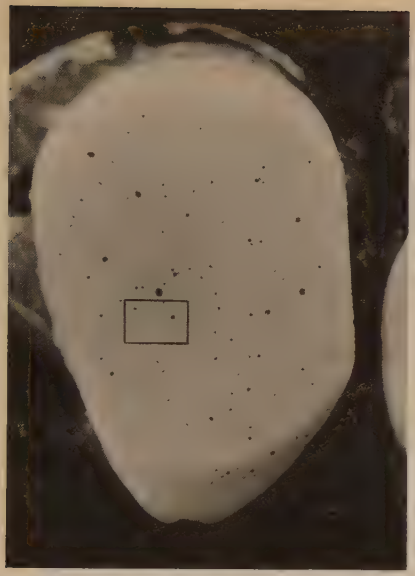


Bild Nr. 8 a
1 min evak.
200 Torr
7,5 ×

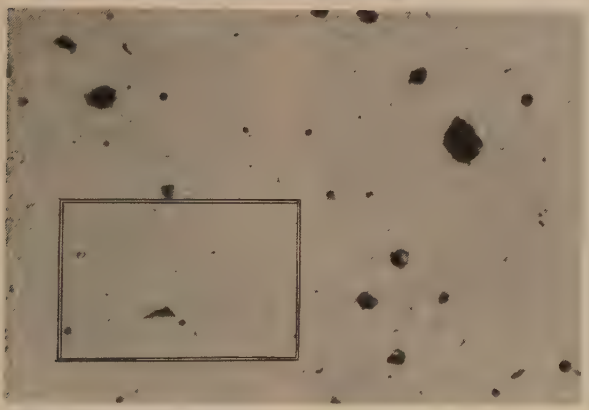


Bild Nr. 8 b
Ausschnitt aus a
75 ×

Bild Nr. 8 c
Ausschnitt aus b
172,5 ×

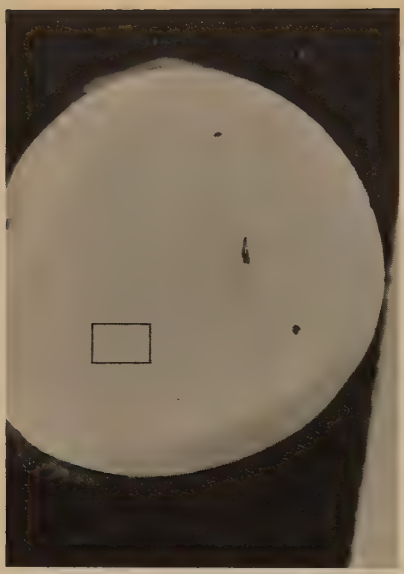


Bild Nr. 9 a
1 min evak.
25 Torr
7,5 ×

Bild Nr. 9 b
Ausschnitt aus a
75 ×

Bild Nr. 9 c
Ausschnitt aus b
172,5 ×

In der zweiten Versuchsreihe wurden alle Proben bei einem Unterdruck von 25 Torr angefertigt. Sie wurden vor dem Mischen 6o, 3o, 2o, und 1o Sekunden evakuiert. Bei den drei ersten Werten sind makroskopisch keinerlei Unterschiede festzustellen. Erst bei 1o Sekunden Evakuierzeit treten wieder vermehrt Luftblasen im Zement auf. Messungen zeigten dann, daß die Pumpe etwa 15 Sekunden benötigte um im ganzen System, auch in der Mischkapsel, den Druck auf 25 Torr abzusenken. (Abbildung Nr.1o)

Auch in dieser Versuchsreihe wird der makroskopische Eindruck durch die Ausschnittvergrößerungen bestätigt. Zwischen den einzelnen Zementen waren keine Unterschiede.(Abbildung Nr.11a-12c)

In allen weiteren Versuchen wurden die Silikatzementmischkapseln vor dem Mischen 3o Sekunden evakuiert, dann 1o Sekunden unter Vakuum gemischt. Der Druck betrug 25 Torr.

Abbildung Nr. 10
25 Torr, von oben nach unten
60, 30, 20, 10 sec evakuiert, 3 ×.

Bild Nr. 11 a
25 Torr
20 sec evak.
7,5 ×

Bild Nr. 11 b
Ausschnitt aus a
75 ×

Bild Nr. 11 c
Ausschnitt aus b
172,5 ×

Bild Nr. 12 a
25 Torr
10 sec evak.
7,5 ×

Bild Nr. 12 b
Ausschnitt aus a
75 ×

Bild Nr. 12 c
Ausschnitt aus b
172,5 ×

VII,2. Konsistenz

Die Konsistenz des frischen Silikatzementes wird mit einem Penetrometer bestimmt.
Das verwendete Penetrometer (Fa. Schiltknecht, Zürich) besteht aus einem starken Hohlsockel, der mit Libellen horizontal eingestellt wird, und einem Oberteil, indem in gehärteten Lagern eine Fallstange mit genau 1oo p Gewicht praktisch reibungsfrei aufgehängt ist. Auf einer Mattscheibe wird ein Maßstab in 1/1o mm vergrößert projeziert, so daß die Verschiebung des Fallstabes auf der Mattscheibe abgelesen werden kann. Der Nullpunkt kann mit einer Mikrometerschraube eingestellt werden. Die Penetrationsnadel besteht aus gehärteten Stahl und wird am Unterteil des Fallstabes befestigt. Sie besitzt eine Länge von 1o mm, einen Durchmesser von 4 mm und hat am unteren Ende eine Spitze von 6o°.
Dazu wird eine Plexiglasform verwendet. Sie hat eine konische Bohrung, die 5 mm tief ist, oben einen Durchmesser von 6mm und unten von 4 mm hat.
Unmittelbar nach dem Anmischen wird die Form mit Zement gefüllt. Der Zement wird an der Oberfläche glatt gestrichen, so daß die Form exakt gefüllt ist. Die Spitze der Penetrationsnadel berührt zentral die Oberfläche. Eine Minute nach Anmischbeginn wird die Sperre, die die Fallstange hält, für 5 Sekunden ausgelöst. Der Fallstab dringt mit der Spitze in den Zement ein. Nach 5 Sekunden wird der Fallstab wieder arretiert und man kann die Eindringtiefe auf der Mattscheibe ablesen.
Ein Penetrationsgrad entspricht 1/1o mm Eindringtiefe.
Eichung: Die Konsistenz wird nach FDI-Norm für handgemischten Silikatzement bestimmt. Dazu werden o,4 ml Flüssigkeit mit Pulver angespatelt. Die Hälfte des Pulvers wird in 15 Sekunden eingespatelt. In den

nächsten 15 Sekunden wird ein Viertel eingespatelt, in den weiteren 15 Sekunden das letzte Viertel. Das Gemisch wird noch weitere 15 Sekunden durchgearbeitet, nach insgesamt 1 Minute ist der Zement gemischt. Jetzt werden o,5 ml entnommen, auf eine Glasplatte gebracht und mit einem Deckglas abgedeckt. 2 Minuten nach Anmischbeginn wird mit 2,5 kg belastet. Nach 1o Minuten soll eine Zementscheibe von 25 $\pm$ 1 mm Durchmesser entstanden sein. Die mittlere Pulvermenge, welche in drei solchen Bestimmungen gefunden wurde, wird auf o,o5 g aufgerundet. Diese Pulvermenge, mit o,4 ml angerührt, wird als Standardkonsistenz definiert.

Die Standardkonsistenz wird mit dem Penetrometer geprüft. Da zum Anspateln 1 Minute benötigt werden, wird der Penetrationsgrad nach 9o Sekunden bestimmt.

Ergebnisse: (in Penetrationsgraden)

	Silicap		Top-Silic		Vita-SC	
	ohne Vakuum	mit Vakuum	ohne Vakuum	mit Vakuum	ohne Vakuum	mit Vakuum
1	17	16	11	6	14	12
2	19	17	13	12,5	15,5	15
3	19	17	14	14	17	14,8
4	19	17,5	14	14	17,4	16,5
5	19,2	18	14	15,5	17,5	17
6	19,5	18	14,2	15,5	17,5	17,5
7	2o	18	15	16,5	18	18
8	2o	18	16	17	18	18
9	2o,3	18,5	16,2	17,3	18	18
1o	2o,5	18,6	16,5	18,2	19	18,5
11	2o,5	19,3	17	19,5	2o,5	18,5
12	2o,5	2o,5	17,5	19,8	21	19
13	21	2o,5	17,5	2o	21	19,5
14	21	21	18,3	2o	21,5	19,5
15	21,5	21,4	19	2o	22	2o
16	22	23	19,5	2o	22	21
17	22,5	23	2o	2o,8	23	22,5
18	23,5	23,5	2o,5	21,3	23	23,5
19	24	23,5	21	21,5	24	23,5
2o	24	24	24	22	28	26,5

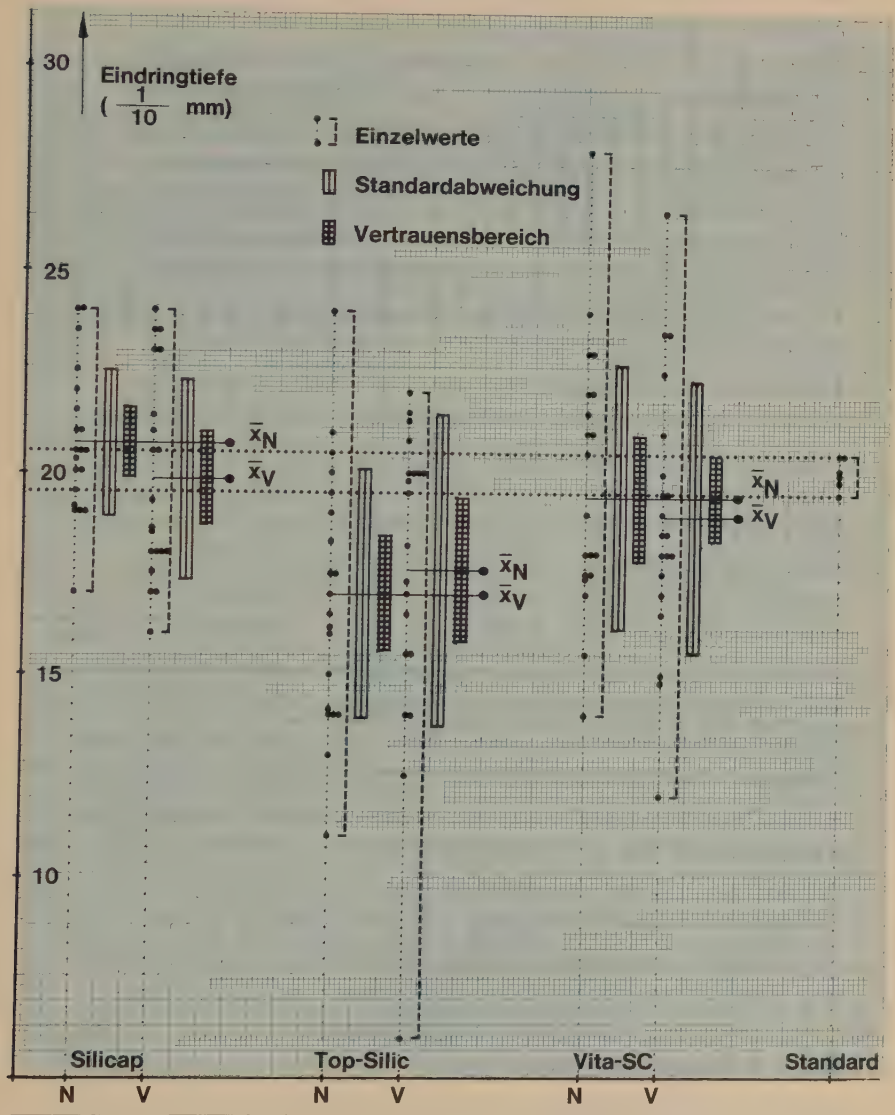
Mittelwert ± mittlerer Fehler des Einzelwertes:

2o,7 ± 1,81	17,o ± 3,1	19,4 ± 3,35
19,8 ± 2,5	17,6 ± 3,9	18,9 ± 3,4

Die Standardmischung wurde mit Achatit Biochromatik (von Fa. Vivadent) bestimmt. Es ergab sich eine Konsistenz von o,4 ml/ 1,6 g.
(Einzelwerte: o,4 ml/ 1,6 g; 1,55 g; 1,55 g)
Der Penetrationsgrad der Standardmischung betrug:
19,5 / 2o,5 / 2o / 19,8 / 2o,5 // 2o,1 ± o,4

Konsistenz

**Penetrometer 100 g,
Spitze 60°,
Eindringzeit 5 sec**



VII,3. Wasserlöslichkeit

Um einen Prüfkörper nach FDI-Maßen herstellen zu können, würden mehrere Kapselinhalte benötigt werden. Da dies aus zeitlichen Gründen und Gründen der Homogenität nicht möglich war, wurden kleinere Prüfkörper gewählt. Statt 2o mm Durchmesser und 1,5 mm Höhe haben die neuen Körper 1o mm Durchmesser und 1 mm Höhe.

Aus Messingblech wurden Ringe von 1mm Stärke und 1o mm Innendurchmesser gebildet. Ein solcher Ring wird auf eine Glasplatte gelegt und mit einem fertig gemischten Kapselinhalt gefüllt. Eine zweite Glasplatte wird aufgepresst, so daß der Ring vollständig mit Silikatzement gefüllt ist. Diese Form kommt 3 Minuten nach Anmischbeginn in einen Thermostaten mit 37°C und 1oo% relativer Luftfeuchtigkeit.

Um den Unterschied zwischen den Vakuum-gemischten und normal maschinell gemischten Zementen zu erkennen, wurden die durch den Preßdruck entstehenden blasenfreien Rindenschichten auf beiden Seiten abgeschliffen. Dazu wurde die Form nach einer Stunde dem Thermostaten entnommen und mit Naßschleifpapier der Körnung 4oo und 6oo beschliffen. Entstandene Preßfahnen wurden vollständig entfernt. Nach dem Schleifen wurden zur besseren Handhabung in kleinen Bohrungen am Messingring, dünne V2A-Drähte befestigt. Danach wurden die Probekörper gut mit destilliertem Wasser abgespült und je 1o Ringe zusammen in 5o ccm destilliertes Wasser eingehängt und bei 37°C gelagert.

24 Stunden nach Anmischbeginn werden die Körper aus dem destillierten Wasser entnommen, mit frischem dest. Wasser abgespült und wieder für 7 Tage in eine neue Füllung eingehängt.

Die Lösung und das Spülwasser wird in eine zuvor gewogene Schale eingefüllt. Bei 1oo°C wird das Wasser in der Schale verdampft, dann die Schale bei 15o°C

bis zur Gewichtskonstanz getrocknet. Nach dem Abkühlen in einem Exciccator werden die eingedapften Rückstände in der Schale mit einer Genauigkeit von o,2 mg gewogen. Die Differenz zwischen Leergewicht der Schale und dem neuen Gewicht ergibt die Menge der aufgelösten Substanz.
Nach insgesamt 7 Tagen wird die Messung wiederholt. Der neue erhaltene Wert wird zu dem 24-h-Wert addiert, um die gesamte aufgelöste Menge nach 7 Tagen zu erhalten.
Die aufgelöste Substanz wird auf die Oberfläche bezogen. (Oberfläche eines Körpers = $2\pi r^2$ = 1,572 cm^2)

Für jeden Zement und jede Mischungsart wurden je 2 x 1o Prüfkörper hergestellt.

Ergebnisse: (in $\frac{mg}{qcm}$)

nach 24 Stunden:

	Silicap		Top-Silic		Vita-SC	
	ohne Vakuum	mit Vakuum	ohne Vakuum	mit Vakuum	ohne Vakuum	mit Vakuum
1	o,81	o,97	1,54	1,55	1,46	1,48
2	o,86	1,o5	1,65	1,53	1,61	1,62
nach 7 Tagen:						
1	1,69	1,81	2,97	2,81	3,12	2,72
2	1,77	1,68	3,21	3,o7	3,o8	3,o5

VII,4. Druckfestigkeit

Die Prüfkörper für die Druckfestigkeitsprüfung weisen genau halbe FDI-Maße auf. Es sind Zylinder von 3mm Durchmesser und 6 mm Höhe. Mit diesen Prüfkörpern müßte man gleiche Werte erhalten, wie bei den doppelt so großen FDI-Körpern, da die Winkel der Druckkegel gleich sind. Die Form läßt sich bequem mit einem Kapselinhalt stopfen.
In Stahlscheiben von 6 mm Stärke wurden je eine Bohrung von 3 mm Durchmesser eingeschliffen. Da es nicht möglich war, die Wände exakt parallel zu gestalten, wurden die Bohrungen vermessen und die weitere Öffnung an der Form markiert. Beim Ausformen kann jetzt der Prüfkörper zur weiteren Öffnung ausgedrückt werden. Vor dem Stopfen werden die Bohrungen mit Korrekturlack isoliert, um das Ausformen zu erleichtern.
Unmittelbar nach dem Füllen wird die gefüllte Form mittels einer Zwinge zwischen zwei Metallplatten eingespannt. 3 Minuten nach Anmischbeginn wird die Form in einen Thermostaten mit 37°C und 1oo% relativer Luftfeuchtigkeit gebracht. 1 Stunde nach Anmischbeginn werden die Deckplatten von der Form abgenommen und die Preßfahnen vorsichtig abgeschliffen. Jetzt werden die Prüfkörper vorsichtig aus der Form gedrückt. Sie werden 23 Stunden in destilliertem Wasser bei 37°C gelagert. 24 Stunden nach Anmischbeginn werden die Körper auf Druckfestigkeit geprüft. Dazu werden die Zylinder senkrecht zu ihrer Achse zwischen 2 parallele Platten gebracht und nach und nach in Achsenrichtung mit 225 kp pro Minute belastet. Der bei Bruch erreichte Wert ist der Druckfestigkeitswert.
Der Druckfestigkeitswert ist gleich dem Mittelwert aus 15 einzelnen Druckfestigkeitswerten. Es sollen im Gegensatz zur FDI-Norm keine Werte verworfen werden. Der Mittelwert wird auf 1o kp/cm^2 aufgerundet.

Zum Mittelwert wird der mittlere Fehler des Einzelwertes angegeben, innerhalb dessen Grenzen 66% der Einzelwerte liegen.

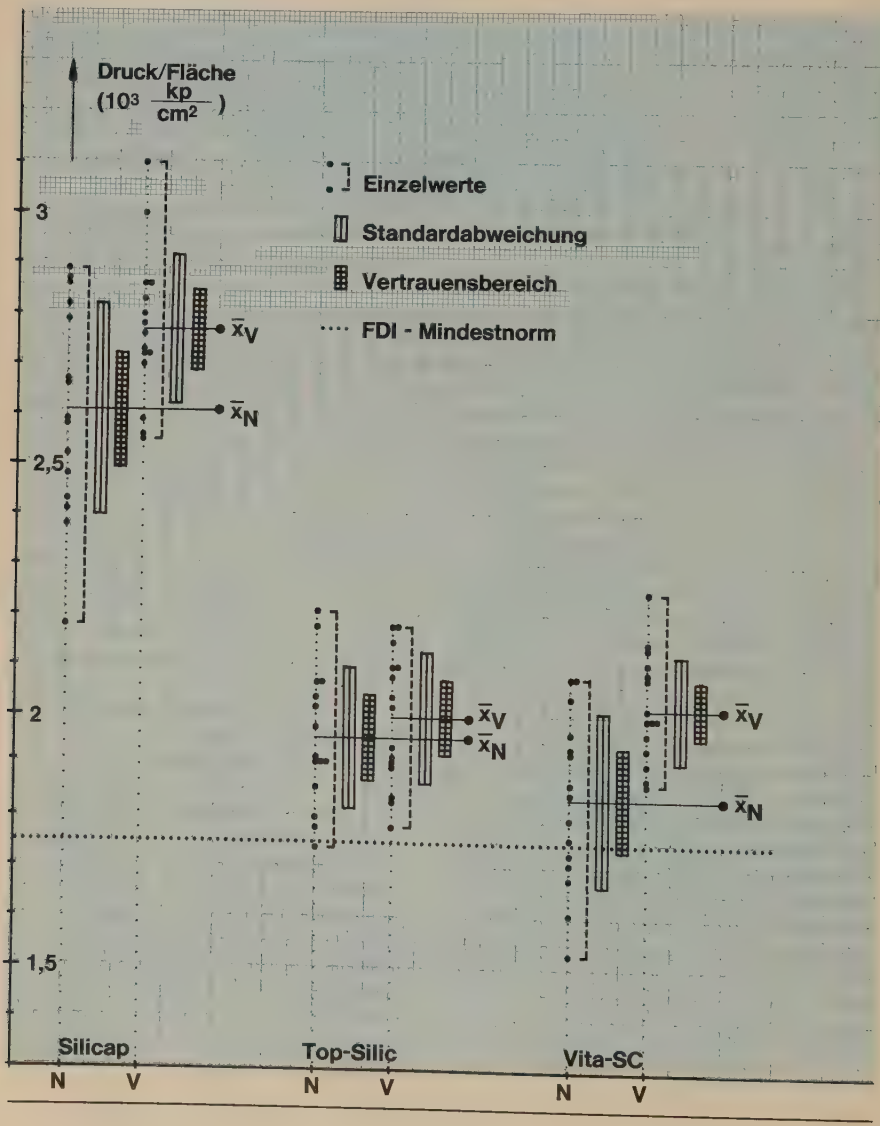
Da sich bei den kleinen Prüfkörpern Fehler (z.B. abgebrochene Kante) sehr stark bemerkbar machen, wurden die Prüfkörper nach dem Ausformen und vor dem Prüfen exakt kontrolliert. Es kamen nur einwandfreie Prüfkörper zur Prüfung. So wurden ca 3o% der angefertigten Prüfkörper wegen Beschädigungen vor der Prüfung verworfen.
Außerdem wurde besonders darauf geachtet, beim Stopfen keine zusätzlichen Luftblasen einzubringen, um die Qualität, besonder des Vakuum-gemischten Zementes, nicht zu beeinträchtigen.

Ergebnisse: (kp/cm^2)

	Silicap		Top-Silic		Vita-SC	
	ohne Vakuum	mit Vakuum	ohne Vakuum	mit Vakuum	ohne Vakuum	mit Vakuum
1	218o	255o	174o	178o	153o	187o
2	238o	256o	178o	183o	161o	188o
3	241o	259o	18oo	184o	168o	191o
4	243o	27oo	186o	19oo	171o	194o
5	248o	272o	191o	191o	173o	197o
6	252o	272o	191o	192o	176o	2ooo
7	258o	273o	191o	194o	18oo	2ooo
8	259o	276o	192o	2o2o	185o	2ooo
9	266o	278o	198o	2o4o	187o	2o2o
1o	267o	28oo	2o2o	2o8o	193o	2o8o
11	279o	283o	2o4o	21oo	194o	2o9o
12	282o	286o	2o7o	21oo	197o	211o
13	286o	286o	2o7o	215o	2o4o	214o
14	287o	3ooo	218o	218o	2o8o	215o
15	289o	31oo	221o	218o	2o8o	225o
	261o ± 212		196o ± 143		184o ± 176	
		277o ± 15o		2ooo ± 133		2o2o ± 1o9

Druckfestigkeit

Prüfkörper 3 mm ∅, 6 mm hoch
Belastet in Achsenrichtung mit
225 kp/min



VII,5. Spalt-Zugfestigkeit

Die Prüfung der Spalt-Zugfestigkeit stammt aus der Bauindustrie. Betonpfähle und -Masten werden waagrecht auf eine plane Unterlage gelegt und von oben senkrecht über der Längsachse und parallel zu ihr mit einem Keil belastet. Dabei entsteht eine schmale belastete Zone der Pressung gegenüber den unbelasteten Teilen. An den Grenzflächen wird das Material geschert. Bezogen auf die beiden Grenzflächen ergibt sich für die Spalt-Zugfestigkeit folgende Formel:

$$K_{Sp} = \frac{2P}{\pi \cdot d \cdot l}$$

Für die Prüfung werden die gleichen Prüfkörper verwendet, wie bei der Druckfestigkeitsprüfung. Die Anfertigung ist wie dort beschrieben. Die Prüfung findet ebenfalls 24 Stunden nach Anmischbeginn statt.

Die Prüfkörper werden parallel zur Längsachse zwischen zwei plane, parallele Flächen gelegt und nach und nach mit 225 kp/min belastet. Der bei Bruch erreichte Wert wird nach oben stehender Formel umgerechnet.

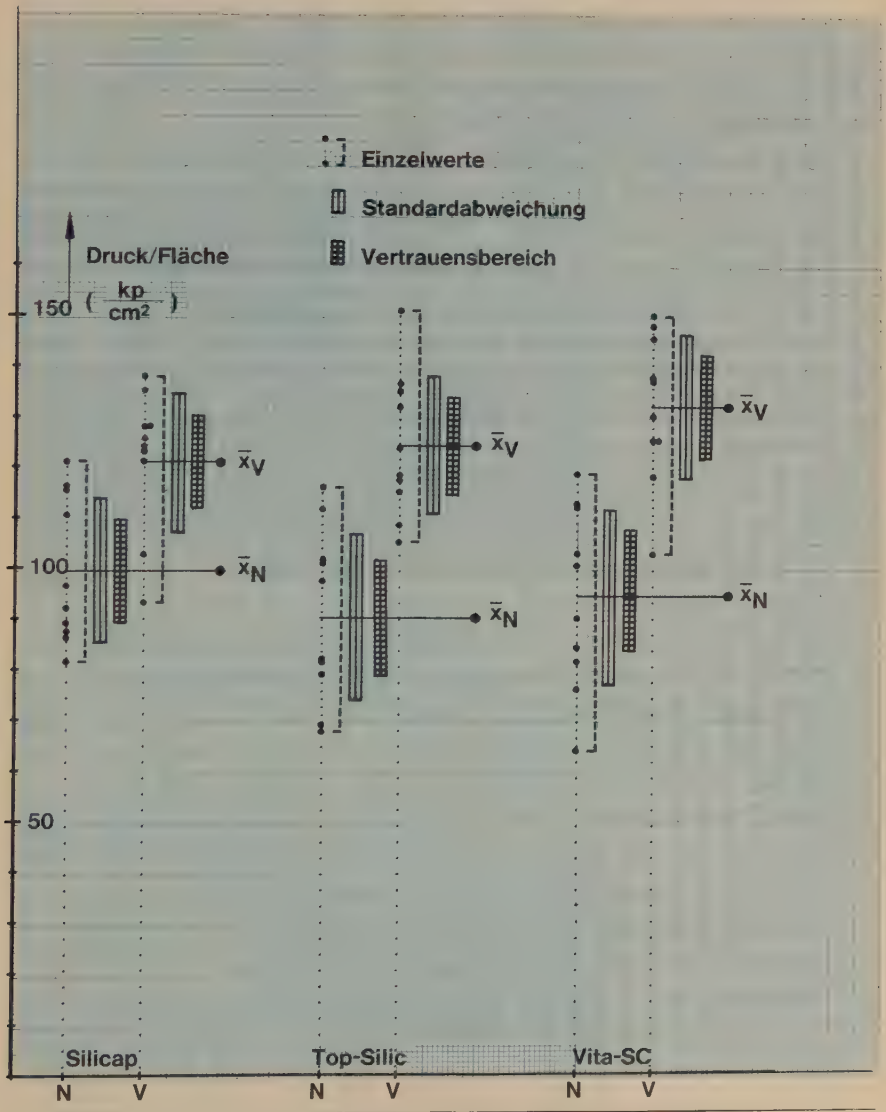
Der Spalt-Zugfestigkeitswert ist gleich dem Mittelwert aus 1o einzelnen Messungen. Es sollen wieder keine Werte verworfen werden. Zum Mittelwert wird wieder der mittlere Fehler des Einzelwertes angegeben, innerhalb dessen Grenzen 66% der Einzelwerte liegen.

Ergebnisse: (kp/cm^2)

	Silicap		Top-Silic		Vita-SC	
	ohne Vakuum	mit Vakuum	ohne Vakuum	mit Vakuum	ohne Vakuum	mit Vakuum
1	81,5	93,2	67,6	1o5,3	63,8	1o2,7
2	86,1	1o2,7	69,3	1o8,6	75,8	118,2
3	87,5	121,1	79,o	115,3	81,5	125,3
4	89,o	123,2	81,4	117,4	84,3	125,3
5	92,2	124,o	82,o	118,4	9o,o	13o,2
6	96,4	125,6	97,6	123,8	1oo,5	137,o
7	11o,5	127,9	1oo,9	132,2	1o2,7	137,3
8	115,4	127,9	1o1,2	135,1	111,9	145,5
9	116,2	135,3	111,7	136,6	112,6	148,o
1o	121,1	138,o	116,2	151,5	118,6	15o,1
Mittelwert ± mittlerer Fehler des Einzelwertes:						
	99,5±14,5		9o,3±16,6		94,3±17,4	
		121,o±13,8		124,5±13,8		132,o±14,5

Spalt-Zugfestigkeit

Prüfkörper 3 mm ∅, 6 mm hoch
Belastet senkrecht zur Achsenrichtung mit 225 kp/min



VII,6. Oberfläche

Ein wichtiges Merkmal einer Füllung ist die Oberfläche. Bei allen zahnärztlichen Füllungsmaterialien läßt sich die Qualität der Oberfläche durch eine Politur verbessern. Eine Ausnahme bilden die Zement-, bzw. Silikatzementfüllungen. Eine Materialverbesserung ist hier durch Politur nicht möglich.
Zwar ließ sich eine Bearbeitung nicht umgehen, aber die Oberfläche die beim Legen der Füllung durch Zelluloid-Strips erzielt wurde, sollte möglichst geschont werden. Die blasenfreie Rindenschicht, die durch den Druck,mit dem der Strip aufgepresst wurde, erzielt wurde, sollte erhalten werden.
Sobald diese Rindenschicht abgetragen wurde, eröffnete man Luftblasen im Zement und die Qualität der Oberfläche nahm ab.
Hier versprach das Vakuum-Mischen Erfolg.

Zur Untersuchung der Oberfläche wurden in Plexiglasträger Probekavitäten mit 2 mm Durchmesser und 1,5 mm Tiefe gebohrt. Diese wurden mit Silikatzement gefüllt, mit Strips unter Druck solange abgedeckt, bis sich die Strips nach ca 8 Minuten von allein ablösten. Die Plexiglasträger mit den Füllungen wurden dann sofort mit Vaseline abgedeckt und kamen für 24 Stunden in einen Thermostaten bei 37°C und 1oo% relativer Luftfeuchtigkeit. Nach dieser Zeit wurde die Oberfläche bearbeitet.
Die Oberflächen wurden lichtmikroskopisch mit Hilfe von Adhäsionsrelief-Abdrücken (Triafol-Abdruckverfahren) untersucht.
Photographisch wurden die Abdrücke mit einer Carl-Zeiss-Spezialkamera (LÄMMER,W.,1966) dargestellt.
Die Untersuchungen und Aufnahmen der Abdrücke erfolgte bei seitlich durchfallenden Licht.

Ergebnisse:

Die verschiedenen gleichartig angemischten Silikatzemente zeigen bei gleicher Bearbeitungsmethode keine Unterschiede in der Oberfläche.

Die Qualität der Oberfläche kann gut an Hand von polierten Glas beurteilt werden, das gleichzeitig einen Idealfall der Politur darstellt. (Abbildung Nr.13)

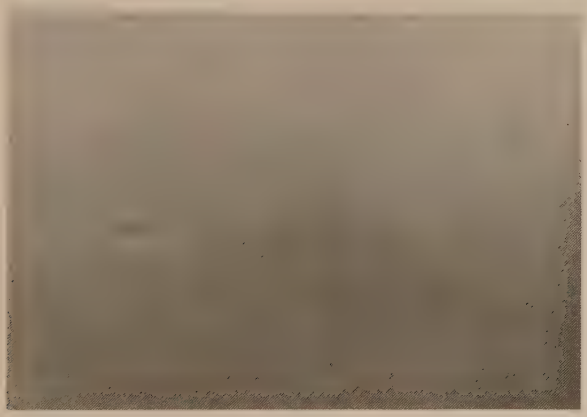


Bild Nr. 13
Poliertes Glas
Replica, 75 ×

Die Oberfläche, die durch unvaselinierte Strips entsteht, ist recht gut. Leider werden durch die schlechte Benetzbarkeit der Strips Luftblasen in die Oberfläche eingedrückt. (Abbildung Nr.14a)

Bild Nr. 14 a
unvas. Strip
Replica, 75 ×

Auch durch vaselinierte Strips werden Luftblasen in die Oberfläche eingedrückt, dazu kommt noch eine Struktur, die durch die Vaseline bedingt ist, und die Oberfläche verschlechtert. (Abbildung Nr.14b)

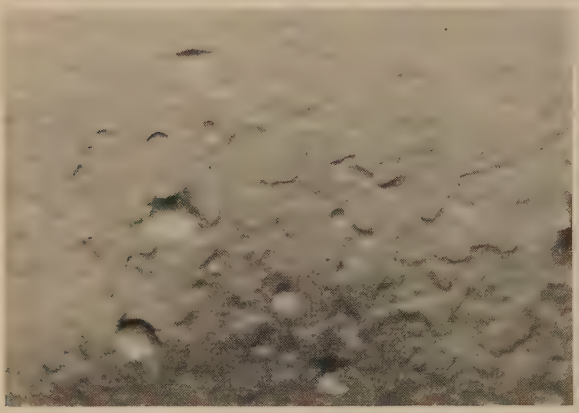


Bild Nr. 14 b
vasel. Strip
Replica, 75 ×

Bearbeitet wurden die Silikatfüllungen nach Methoden, die von verschiedenen Autoren empfohlen werden (EFFINGER,A. u. FECHT,J.,196o; EIFINGER,F.F.,1964; LÄMMER,W. u. RIETHE,P,1968).
Die beste Oberfläche wurde damit erzielt, daß die Füllung manuell mit Moyco-Streifen immer feineren Körnungsgrades bearbeitet und mit einem Abschluß-finish durch Flanell- und Wollrad mit Schlämmkreide versehen wurde. Makroskopisch wirkt eine solche Oberfläche, sowohl beim normal maschinell gemischten Silikatzement, als auch beim Vakuum-gemischten, glatt und hochglänzend.
Die Abbildungen der Abdrücke zeigen dann aber beim normal gemischten Zement die eröffneten Luftblasen, die beim Vakuum-gemischten fast völlig fehlen.
(Abbildungen Nr.15 und 16)

Verglichen mit den Abbildungen Nr.14a und 14b bedeuten diese Oberflächen eine Verbesserung, wenn sie auch nicht an die Qualität der polierten Glasplatte

Bild Nr. 15
ohne Vakuum
Replica, 75 ×

Bild Nr. 16
mit Vakuum
Replica, 75 ×

herankommen. Interessant ist, daß durch Strips eingepresste Luftblasen größer erscheinen, als Luftblasen, die durch das Anmischen im Zement vorhanden sind.
Die beste Oberfläche zeigt der mit Vakuum angemischte Silikatzement. (Abbildung Nr.16)

Silikatfüllungen kann man durch unsachgemäßes Polieren schädigen. Die Gefahr eine Füllung durch trockene und heiße Politur zu zerstören ist allgemein bekannt. Weniger bekannt ist die Tatsache, daß man eine Silikatfüllung auch überpolieren kann und dadurch ebenfalls die Oberflächenqualität herabsetzt. (Abbildung Nr. 17) Die gezeigte Füllung wurde zulange mit Wollrad und Schlämmkreide bearbeitet (3 Minuten, im Gegensatz zu normal 1 min).

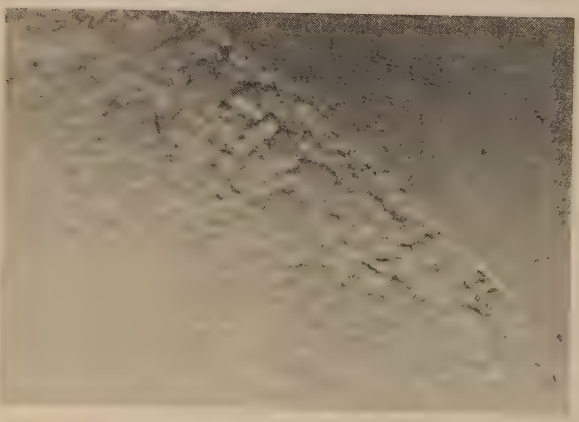


Bild Nr. 17
Überpolitur
Replica, 75 ×

Bild Nr. 18
Säurewirkung
Replica, 75 ×

Dabei wird das weichere Gel herausgearbeitet, während die härtere Körnung stehen bleibt. Zum Vergleich eine polierte Silikatfüllung, auf die man 5 Minuten lang 9o%-tige Milchsäure einwirken ließ.

Eine noch größere Verschlechterung des Oberfläche einer Silikatfüllung erhält man bei einer Bearbeitung mit Gummikeloh und Bimsmehl (ähnlich auch bei Zahnreinigungspasten wie "Oralust" und "Cleanpolish"),wie es bei einer Zahnreinigung üblich ist. (Abbildung Nr.19).

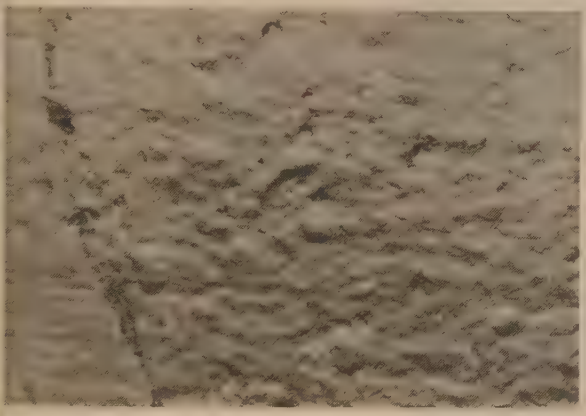


Bild Nr. 19
Zahnreinigung
Replica, 75 ×

Allgemein konnte festgestellt werden, daß solche Schädigungen vor allem durch weiche Polierträger auftraten (Wollrad, Flanellschwabbel, Gummikelch), wenn sie längere Zeit auf die Füllungsoberfläche einwirkten. Im Gegensatz dazu haben sich harte und glatte Polierkörper bewährt. So konnten sehr gute Oberflächen mit Polierpapier erzielt werden. Fast so gut waren feinste Leinenstreifen (Moyco).

Harte Polierkörper für die maschinelle Bearbeitung, wie sie von oben genannten Autoren empfohlen werden, z.B. Arkansassteine vaseliniert und Achatspitzen vaseliniert, eignen sich nicht so gut zum Bearbeiten von Silikatfüllungen. Zwar läßt sich vor allem mit den glatten polierten Achatspitzen eine gute Oberfläche erzielen, aber stellenweise und besonders am Randspalt wird der Silikatzement durch Schläge und Stöße des rotierenden Instrumentes zerstört.
(Abbildung Nr. 2o)

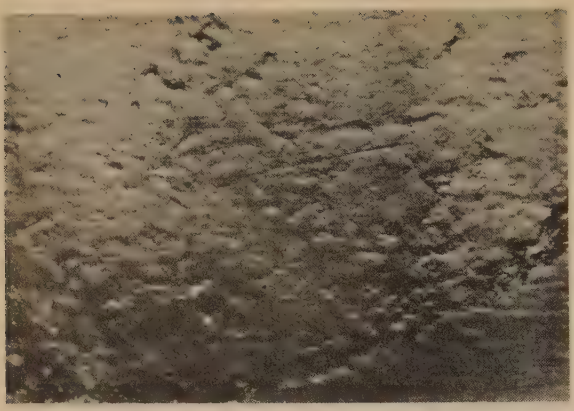


Bild Nr. 20
Achat vasel.
Replica, 75 ×

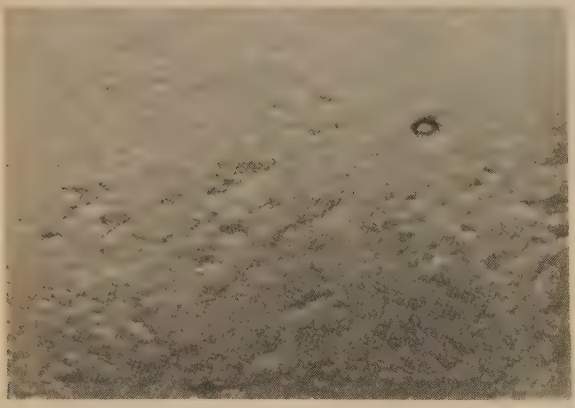


Bild Nr. 21
Teflon
Replica, 75 ×

Folgt auf eine Bearbeitung mit Achatspitzen eine Politur mit Wollschwabbel und Schlämmkreide nach, wird die Oberfläche gut.
Bewährt hat sich zum Polieren auch ein Teflonkörper, der in ähnlicher Form wie Achatspitzen angeboten wird (Fa. Kettenbach) (Abbildung Nr.21).

Abschließend kann festgestellt werden, daß eine porenfreie Füllung, wie sie durch das Vakuummischen entstehen, nur bei guter Politur der Oberfläche diese verbessert. Andernfalls fallen angeschliffene Luftblasen in der schlecht polierten Oberfläche nicht ins Gewicht. (Abbildung Nr. 19 und 2o)

VIII. Diskussion der Ergebnisse

VIII,1. Günstigstes Vakuum

Wie die Versuchsreihen zeigen ist es durchaus möglich durch das Vakuum-Mischen eine Verbesserung des Zementes zu erzielen. Luftblasen im Zement können fast vollständig zum Verschwinden gebracht werden. Allerdings sagen die Versuchsreihen nichts über Silikatzement aus, der verarbeitet wurde, mit dem etwa eine Füllung gelegt wurde. Es wird keine Aussage darüber gemacht, ob z.B. durch die Verarbeitung wieder Luftblasen eingebracht werden.

VIII,2. Konsistenz

Im Gegensatz zu anderen Autoren (LYON,H.W. und COSCA,L.J.,1967) verändert das Vakuum-Mischen die Konsistenz nicht. Die Mittelwerte der beiden Versuchsreihen für jeden Zement sind nicht statistisch unterschiedlich.

Die Streuung der Einzelwerte ist ebenfalls nicht abhängig vom Vakuum-Mischen.

Silicap:	± 8,8 %	:	± 12,6 %
Top-Silic:	± 18,2 %	:	± 2o,2 %
Vita-SC:	± 17,3 %	:	± 18,1 %

Für die Streuung kann man verschiedene Ursachen nachweisen. Am meisten macht sich die Genauigkeit der Vordosierung in der Kapsel bemerkbar. Eine zweite Fehlerquelle ist das Unvermögen exakt alle Phosphorsäure aus dem Kissen herauszudrücken. Eine geringe Streuung ist auch durch die Versuchsapparatur bedingt (Streuung der Penetrationsgrade der Standardmischung = ± 2 %).

VIII,3. Wasserlöslichkeit

Auch hier verändert das Vakuum-Mischen die Werte nicht. Die Unterschiede zwischen den einzelnen Zementen sind wesentlich höher, als Unterschiede

die durch das Vakuum-Mischen bedingt sind. Alle Zemente erfüllen die FDI-Mindestnormen.

VIII,4. Druckfestigkeit

Alle untersuchten Silikatzemente erfüllen die Mindestforderungen der FDI und liegen zum Teil erheblich höher. Durch das Vakuum-Mischen erhält man insgesamt eine leichte Verbesserung.

Silicap: statistisch auffällig (+ 6 %)
Top-Silic: keine Verbesserung (+ 2 %)
Vita-SC: statistisch signifikant(+ 1o%)

Ergebnisse t-Test:

(Freiheitsgrad m=28, n=15)

		P=o,o5	P=o,o1	
t_{Liste}		2,o4	2,75	
$t_{Silicap}$		2,54		auffällig
$t_{Top-Silic}$	o,84			nicht auffällig
$t_{Vita-SC}$			3,45	signifikant

Wie sehr sich Luftblasen bei den kleinen Prüfkörpern bemerkbar machen, zeigt sich an der Streuung der Einzelwerte. Sie ist bei den normal maschinell gemischten Prüfkörpern durchweg höher als bei den Vakuum-gemischten.

Silicap: ± 8,1 % : ± 5,4 %
Top-Silic: ± 7,3 % : ± 6,6 %
Vita-SC: ± 9,6 % : ± 5,4 %

VIII,5. Spalt-Zugfestigkeit

An dieser Versuchsserie fällt zweierlei auf. Einmal zeigt sich eine große Streuung der Einzelwerte. Dabei konnte folgendes beobachtet werden: Wenn der Prüfkörper während der Prüfung sauber in zwei nahezu gleich große Teile zersprang, ergab sich ein niedriger Wert. Je besser die Verzahnung der beiden neutralen mit der gepressten Schicht war,

in desto kleinere Stücke zersprang der Prüfkörper und desto höher war der erreichte Druck. Diese Erscheinung war bei allen Zementen, gleich ob Vakuum-gemischt oder nicht, zu beobachten.
Zum Zweiten zeigt sich bei allen Zementen eine erhebliche Verbesserung durch das Vakuum-Mischen. Es läßt sich dadurch erklären, daß Luftblasen im Zement den Schervorgang erleichtern und die Verzahnung der Schichten schwächen.

Verbesserung:

Silicap: statistisch signifikant (+ 22 %)
Top-Silic: statistisch signifikant (+ 38 %)
Vita-SC: statistisch signifikant (+ 4o %)

Ergebnisse t-Test:

(Freiheitsgrad m=18, n=1o)

	P=o,o5	P=o,o1	P=o,oo1	
t_{Liste}	2,1o	2,88	2,92	
$t_{Silicap}$			3,55	signifikant
$t_{Top-Silic}$			5,o2	signifikant
$t_{Vita-SC}$			5,32	signifikant

Die Streuung der Einzelwerte ist wie bei der Druckfestigkeitsprüfung beim Vakuum-gemischten Silikatzement kleiner als beim normal maschinell gemischten.

Silicap: ± 14,6 % : ± 11,4 %
Top-Silic: ± 18,4 % : ± 11,1 %
Vita-SC: ± 18,5 % : ± 11,o %

VIII.6, Oberfläche

Die Replica-Abdrücke der Oberfläche von gestopften und bearbeiteten Silikatfüllungen zeigen, daß sich die Hoffnung auf porenfreie Füllungen nicht ganz erfüllt. Beim Stopfen werden wieder Luftblasen eingearbeitet. Allerdings bei Weitem nicht so viel, wie im normal maschinell angemischten Silikatzement

vorhanden sind. Viel mehr ist die Qualität der Oberfläche von den Bearbeitungsmethoden abhängig. Eine wirkliche Verbesserung der Oberfläche durch das Vakuum-Mischen erhält man nur bei perfekter Politur der Oberfläche.
Weiter klinische Versuche sollten vor allem eine Untersuchung über die Lebensdauer von Vakuum-gemischten Silikatzementfüllungen sein.
Ein weiterer interessanter Aspekt wäre eine Untersuchung über die Begünstigung von Konkrementansätzen auf der rauhen und durch das Vakuum-Mischen glatten Silikatzement-Füllungsoberfläche.

IX. Zusammenfassung

Untersucht wurden drei verschiedene Silikatzemente, die zum maschinellen Mischen in Kapseln geliefert werden.
Insgesamt erhält man durch das Vakuummischen eine leichte Verbesserung der physikalischen Eigenschaften der Silikatzemente.

Im einzelnen ergibt sich bei der:

Konsistenz	- keine Veränderung
Wasserlöslichkeit	- keine Veränderung
Druckfestigkeit	- Verbesserung von 2 - 1o%
Spalt-Zugfestigkeit	- Verbesserung von 22 - 4o%

Die Ergebnisse sind statistisch gesichert.

Auch die Qualität der Oberfläche kann durch das Vakuummischen verbessert werden. Allerdings entscheidet die Bearbeitungsmethode in weit größeren Umfang über die Qualität der Oberfläche. Gute Oberflächen erzielt man mit Bearbeitung durch glatte harte Polierkörper.

X. Literaturverzeichnis

BAUMANN,E. und BEHAM,G.: Effects of Vacuum Mixing on Silicate Cement. 47. Int.Ass.dent.Res. 1969, 258

BOCK,B.: Die Silikat- und Silikophosphatzementfüllung in EICHNER,K. Dtsch.zahnärztl.Z. 2o, 541-548 (1965)

DOLDER,E.: Physikalische Eigenschaften des Silikatzements und schnellhärtender Kunststoffe. Dtsch.zahnärztl.Z. 12, 1-11 (1957)

DRESSLER,H.: Vergleichende mechanische Untersuchung von maschinell- und handgemischten Silikatzementen. Dtsch.zahnärztl.Z. 21, 11o6-1116 (1965)

EFFINGER,A. und FECHT,J.: Zahnzemente In EICHNER,K.: Leitfaden zahnärztlicher Werkstoffe und ihre Verarbeitung. Berlin, Berlinische Verlagsanstalt GmbH 196o

EIFINGER,F.F.: Die Replika-Technik und ihre Anwendung in der Mundhöhle Schweiz.Mschr.Zahnheilk. 73, 572-577 (1963)

EIFINGER,F.F.: Lichtmikroskopische Untersuchungen zur Politur plastischer Füllungsmaterialien. Dtsch.zahnärztl.Z. 19, 561-574 (1964)

ENGELHARDT,G.: Vergleichende Untersuchungen an Silikat- und Phosphatzementen unter Berücksichtigung des maschinell angemischten Silikatzementes Silicap. Med.Diss.Mainz 1968

GINS,H.: Die Standards der gebräuchlichen zahnärztlichen Werkstoffe.
In EICHNER,K.: Leitfaden zahnärztlicher Werkstoffe und ihre Verarbeitung.
Berlin, Berlinische Verlagsanstalt GmbH 1960

Guide to Dental Materials Including American Dental Association Spezifications, Information on the Use and Properties of Dental Materials and a Broad Listing of Certified Brands.
3. Edition, Amer.dent.Ass. 104-111,
Chicago 1966

GRUNEWALD,A.H., DICKSON,G., PFAFFENBARGER,G.C. and SCHOONOVER,I.C.: Silicate Cement : Method of Mixing in a closed Container to Prevent Effects of Exposure to Atmosphere.
J.Amer.dent.Ass. 46, 184-187 (1953)

JØRGENSEN,K.D. und WAKUMOTO,S.: Homogenität von mechanisch angemischten Silikatzement.
Quintess.zahnärztl.Lit. 18/7, 1-3 (1967)

JØRGENSEN,K.D. und WAKUMOTO,S.: Mechanisches Anmischen von Silikatzement.
Quintess.zahnärztl.Lit. 17/10, 55-57 (1966)

JØRGENSEN,K.D. und WAKUMOTO,S.: Vacuum Mixing of Silicate Cement.
Acta odont.scand. 27/5, 453-465 (1969)

KETTERL,W.: Die Silikatfüllung heute.
Zahnärztl.Prax. XII, 157,160,169 u. 170 (1961)

KÖHLER,E.: Die Silikat- und Silikophosphatzementfüllung. In EICHNER,K.:
Dtsch.zahnärztl.Z. 20, 541-548 (1965)

LÄMMER,W.: Lichtmikroskopische Oberflächenuntersuchungen von Goldguß- und Zementfüllungen mit Hilfe der Replika-Technik.
Med.Diss.Mainz 1966

LÄMMER,W. und RIETHE,P.: Lichtmikroskopische Oberflächenuntersuchungen von Silikatzementfüllungen.
Dtsch.Zahnärztebl. XXII/4, 163-172 (1968)

LYON,H.W. and COSCA,L.J.: Vacuum mixed silicate cements.
J.Amer.dent.Ass. 75, 129-131 (1967)

LYON,H.W. and COSCA,L.J.: Efficacy of Vacuummixed Silicate Cements.
46. Int.Ass.dent.Res. 1968, 436

LYON,H.W. and COSCA,L.J.: Compressive Strength and Translucent Characteristics of Vacuum-mixed Silicate Cements.
47. Int.Ass.dent.Res. 1969, 257

NORMAN,R.D., SWARTZ,M.L. and PHILLIPS,R.W.: Studies on the solubility of certain dental materials.
J.dent.Res. 36, 977-985 (1957)

NORMAN,R.D., SWARTZ,M.L. and PHILLIPS,R.W.: Additional studies on the solubility of certain dental materials.
J.dent.Res. 38, 1o28-1o37 (1959)

PFAFFENBARGER,G.C., SCHOONOVER,I.C. and SOUNDERS,W.: Dental Silicate Cements: Physical and chemical Properties and a Spezification.
J.Amer.dent.Ass. 25, 32-87 (1938)

PHILLIPS,R.W., SWARTZ,M.L. and CHONG,W.F.: Prosperties of silicate cements mixed by hand and mechanical means.
J.S.Calif.dent.Ass. 33, 239-242 (1965)

REBEL,H.: Lehrbuch der konservierenden Zahnheilkunde.
München, Berlin, Lehmann 1937, 117-119

RUBINSTEIN,J.: Silicate cements prepared with mechanicals mixers.
J.Amer.dent.Ass. 65, 31o-316 (1962)

SKINNER,E.W. and PHILLIPS,R.W.: The Science of Dental Materials.
Philadelphia and London 196o, 22o-268

An dieser Stelle darf ich Herrn Professor Dr. Dr. P. Riethe für die Überlassung des Themas, die mir zur Verfügung gestellten Unterlagen die mir gewährte Unterstützung meinen aufrichtigen Dank sagen.

Weiterhin gilt mein Dank der Firma Vivadent AG / Schaan, Liechtenstein, für die Möglichkeit, meine Untersuchungen in ihren Labors durchführen zu können.

Lebenslauf

Am 8.5.1941 wurde ich als 4. von 5 Kindern des Kaufmanns Gustav Bohnert und seiner Ehefrau Frieda, geb. Kuchenbeißer, geboren.

Von Herbst 1947 an besuchte ich die Volksschule in Karlsruhe und wechselte im Frühjahr 1952 auf den naturwissenschaftlichen Zug des Max-Planck-Gymnasiums in Karlsruhe über. Dort legte ich im Frühjahr 1962 das Abitur ab.

Vom 1.4.1962 bis 30.9.1963 leistete ich an verschiedenen Orten meinen Pflichtwehrdienst ab. Im Wintersemester 1963/64 begann ich in Karlsruhe an der TH das Studium der Mathematik.

Im Sommersemester 1965 wechselte ich zur Zahnmedizin über und begann das Studium in Tübingen.

Naturwissenschaftliche Vorprüfung am 22.7.1966
Zahnärztliche Vorprüfung am 3.4.1968
Zahnärztliche Prüfung am 11.6.1971